Agilent 355化学発光硫黄検出器 (SCD): ハッカ油中の硫黄化合物

技術概要

はじめに

香料中の低濃度硫黄化合物の信頼性の高い測定を行うことは極めて重要です。揮発性硫黄化合物は食品の風味や芳香に必須ですが、ほとんどの場合、異臭に関連します。硫黄化合物は、知覚特性に加え、酸化防止剤、抗菌剤、抗発癌物質の機能特性としても研究されています。[1]

揮発性硫黄化合物は、多くの食品の風味や匂いの原因となる主要成分です。損傷のない細胞や植物には存在することはほとんどありませんが、酵素処理過程で植物が切断またはすりつぶされる際に形成される可能性があります。破壊された細胞からは、香りの先駆物質や酵素が放出されます。食品の加工処理が揮発性硫黄化合物のもう 1 つの発生源で、酵素で生成された風味物質の熱分解が、加水分解生成物やその他の再結合物を形成する可能性もあります。これらの生成物は、低濃度の香料や芳香剤の知覚品質確保のために必要ですが、同じ化合物でも高濃度になると異臭を引き起こします。

植物から単離されたエッセンシャルオイルは、悪臭特性の他、風味強化のためにも使用されます。硫黄化合物は風味に関して非常に低いしきい値を示すので、これらの化合物は微量でも食品の風味に影響を及ぼします。[2-4] 食品中の硫黄を選択的および高感度で検出することは、食品品質や製品安定性を検証するため、また食品や芳香製品の一貫した知覚特性を維持するために重要です。

Agilent 化学発光硫黄検出器 (SCD) とガスクロマトグラフは、揮発性硫黄化合物を単離および分析する効率の良い手段です。Agilent 355 SCD は、炭化水素によるクエンチや干渉なしに、硫黄化合物に対して直線的で等モルのレスポンスを生成します。分析対象成分それぞれに対して個別のレスポンスファクターを測定する必要がある他の検出器とは異なり、特許を取得した動作機構により硫黄に対して 1 つのレスポンスファクターを提供します。これにより、硫黄種の定量分析の他、1 つの標準試料からの全硫黄量の同定も可能になります。

以下のクロマトグラフは、予備濃縮のないハッカ油中の 1 ppm 未満の硫黄化合物種の特定と定量も行う SCD の能力を例示したものです。クロマトグラフ条件は以下のとおりです。335 SCD と長さ 60 m、内径 0.53 mm、膜厚 5.0 µm の HP-1 カラムを用いました。ガスクロマトグラフには、電子圧力プログラミングを搭載した Agilent 5890 シリーズ Ⅱ を使用しています。初期温度 30 °C で 2 分間保持した後、10 °C/分の昇温速度で最終温度 275 °C まで加熱しました。

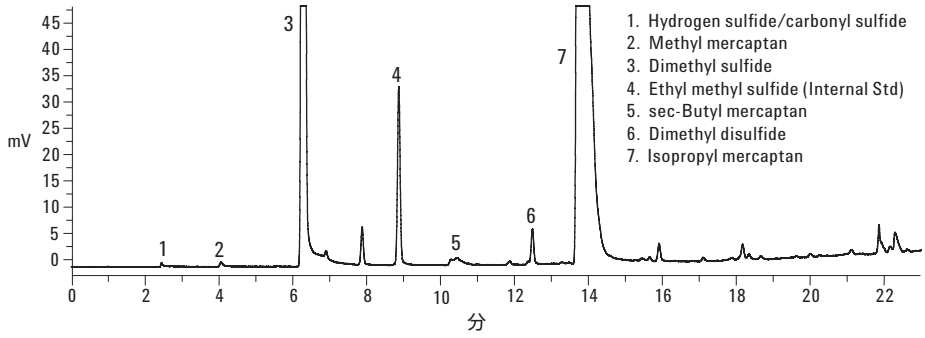

図 1　天然ハッカ油の硫黄クロマトグラム。

表 1　同定したピークの硫黄濃度

化合物	濃度 (硫黄、ppb)
硫化水素/硫化カルボニル	110
メチルメルカプタン	200
硫化ジメチル	167,000
エチルメチルサルファイド (内部標準)	5,000
sec- ブチルメルカプタン	80
ジメチルジスルフィド	1,080
イソプロピルメルカプタン	84,100
合計	259,000

Agilent 355 SCD の検出下限は、硫黄 500 ナノグラム/秒未満で、市販されている製品の中で感度と選択性が最も高い硫黄検出器です。SCD の等モルレスポンスのため、上記のように外部標準または内部標準のどちらかを使用して、サンプルの迅速な定量分析が可能です。この場合、内部標準としてサンプル中に存在しないエチルメチルサルファイドを選び、5 ppm を分析対象化合物にスパイクしました。スパイクしたピークとリテンションタイムの比較により、ピークの同定と確認が可能です。スパイクした標準試料とピーク面積を直接比較することで各成分の濃度が得られ、全ピークの総面積は硫黄総量に相当します。

参考文献

1. C. J. Mussinan and M. E. Keelan, ed, “Sulfur Compounds in Foods,” ACS Symposium Series 564; American Chemical Society: Washington, DC, 1993; Chapter 6.
2. M. Burmeister, C. Drimmond, D. Pfisterer, and D. Hysert, *Amer. Soc. Brewing Chemists J.* 1992, 50, pp 53.
3. H. Takken, L. Linde, P. De Valois, H. Dort, M. Boelens; G. Charalambous and I. Katz, ed, “In Phenolic, Sulfur and Nitrogen Compounds in Foods,” ACS Symposium Series 26; ACS: Washington, DC
4. P. Shaw, J. Ammons, R. J. Bramman, *Agric. Food Chem.* 1980, 28, pp. 778.

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
June 7, 2007
5989-6785JAJP

Agilent Technologies